

マイクロ波加熱による高純度シリカの直接還元

Direct reduction of high purity silica by microwave heating

東大新領域¹, 東京工大², 東京芸大³, 太平洋セメント⁴, 清水電設工業⁵○坪内 賢太¹, 豊蔵 信夫¹, 石原 慎之介², 渡邊 玄², 林 幸², 永田 和宏³, 増田 賢太⁴,
三浦 啓一⁴, 清水 政義⁵, 鯉沼 秀臣¹Univ. Tokyo¹, Tokyo Inst. Tech.², Tokyo Univ. Arts³, Taiheiyo cement⁴, SEAVAC⁵○Kenta Tsubouchi¹, Nobuo Toyokura¹, Shinnosuke Ishihara², Takashi Watanabe², Miyuki Hayashi²,
Kazuhiro Nagata³, Kenta Masuda⁴, Keiichi Miura⁴, Masayoshi Shimizu⁵, Hideomi Koinuma¹

E-mail: tsubouchi@ams.k.u-tokyo.ac.jp

はじめに:太陽電池級シリコンの新規製造法として、高純度シリカの直接熱還元法が注目を集めている。しかし還元反応によるシリコンの生成に必要な温度は約 1800℃と高く、通常の加熱によってこの温度を達成するためには熱源はさらに高温でなければならないため、反応炉材料からの不純物の混入や耐久性が問題になる。そこで本研究においてはマイクロ波加熱によるシリカの直接還元を試みた。マイクロ波を用いることで誘電率や導電性が高い物質を選択的に加熱することができ、高速に高温までの加熱ができる。同じく炭素による還元反応を用いた製鉄において、従来法より低い 650℃で反応が進むことが報告されている[1]。

実験方法:高純度シリカ 12g と SiC8g をよく混合し、自作したアルミナるつぼに入れて表面をグラファイト 2g で覆った。これを断熱材で囲んでマイクロ波反応炉(最大出力 12kW)に入れ、大気中で約 1 時間かけて試料表面温度 1600℃まで加熱した。その後 1 時間 1600℃に保って反応させ、マイクロ波をオフにした。冷却後、断面写真。X 線回折、ラマン分光、EPMA などで行った。

結果と考察:加熱中の温度変化を図 1 に示す。試料表面の温度は加熱初期に急激に上昇し、温度がピークに達する直前に激しく上下した。初期の温度上昇はグラファイトによる吸収によると考えられ、温度の上下は Thoria らが報告している SiC の誘電率変化[2]によると考えられる。得られたサンプルの断面写真を図 2(a)に示す。図中 A で示すように、一部では金属光沢が見られた。この A の EPMA ではシリコンのみ強度が高く、図 2(b)のラマン分光では結晶シリコンに対応するピークが見られた。この部分は主に結晶シリコンだと考えられる。表面温度 1600℃でもシリコンが生成したことから、るつぼの中心部がマイクロ波により直接加熱され表面より高温になっていたと考えられ、マイクロ波の優位性を確認できた。

References

- [1] M. Sato, K. Nagata, A. Matsubara, S. Takayama, Plasma Science, 2008. ICOPS 2008. IEEE 35th International Conference on , vol., no., pp.1,1, 15-19 June 2008
- [2] Thoria, Egypt.J.Sol.,Vol.(25),No.(2),(2002)

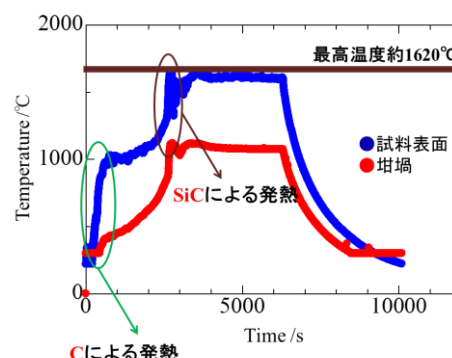


Fig.1 Time dependence of temperature of top of sample and that of crucible

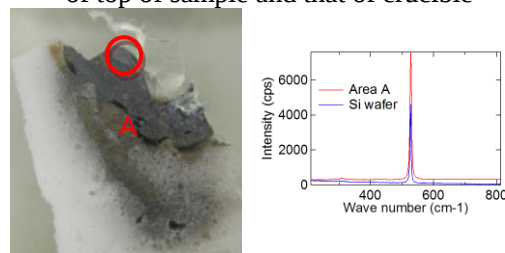


Fig.2 (a) Photo of sliced crucible, "A" showed metallic luster. (b) Raman spectra of area "A" and standard Si wafer